



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО  
13898-4—  
2007

Сталь и чугун

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НИКЕЛЯ,  
МЕДИ И КОБАЛЬТА.  
СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АТОМНОЙ  
ЭМИССИИ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ  
ПЛАЗМОЙ**

Часть 4

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КОБАЛЬТА**

ISO 13898-4:1997

Steel and iron — Determination of nickel, copper and cobalt contents — Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method — Part 4: Determination of cobalt content (IDT)

Издание официальное



## Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

### Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 145 «Методы контроля металлопродукции»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 июня 2007 г. № 146-ст

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 13898-4:1997 «Сталь и чугун. Определение содержания никеля, меди и кобальта. Спектрометрический метод атомной эмиссии с индуктивно связанной плазмой. Часть 4. Определение содержания кобальта» (ISO 13894-4:1997 «Steel and iron — Determination of nickel, copper and cobalt contents — Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method — Part 4: Determination of cobalt content»).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении С

### 4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет*

© Стандартиформ, 2007

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

## Содержание

1 Область применения . . . . .	1
2 Нормативные ссылки . . . . .	1
3 Общие требования . . . . .	1
4 Реактивы и растворы . . . . .	1
5 Аппаратура . . . . .	2
6 Отбор проб . . . . .	2
7 Подготовка и проведение анализа . . . . .	2
8 Обработка результатов . . . . .	3
9 Протокол испытания . . . . .	4
Приложение А (справочное) Дополнительная информация по международным испытаниям . . . . .	5
Приложение В (справочное) Графическое представление данных по прецизионности. . . . .	6
Приложение С (справочное) Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным международным стандартам. . . . .	7

## Сталь и чугун

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НИКЕЛЯ, МЕДИ И КОБАЛЬТА.  
СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АТОМНОЙ ЭМИССИИ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

## Часть 4

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КОБАЛЬТА

Steel and iron. Determination of nickel, copper and cobalt contents. Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method. Part 4. Determination of cobalt content

Дата введения — 2008—01—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрометрический атомно-эмиссионный с индуктивно связанной плазмой метод определения кобальта в нелегированных сталях и чугунах.

Метод применим для определения массовой доли кобальта в диапазоне 0,001 % — 0,10 %.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты:

ИСО 5725-1:2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ИСО 5725-2:2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ИСО 5725-3:2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

ИСО 13898-1:1997 Сталь и чугун. Определение содержания никеля, меди и кобальта. Спектрометрический метод атомной эмиссии с индуктивно связанной плазмой. Часть 1. Общие требования и отбор проб

ИСО 14284:1996 Сталь и чугун. Отбор и подготовка проб для химического анализа

## 3 Общие требования

Общие требования — по ИСО 13898-1.

## 4 Реактивы и растворы

Если нет других указаний, используют реактивы установленной аналитической степени чистоты, дистиллированную воду, дополнительно очищенную перегонкой или другим способом.

Дополнительные требования к реактивам — по ИСО 13898-1.

#### 4.1 Стандартный раствор кобальта

4.1.1 Основной раствор — 1,0 г/дм<sup>3</sup> кобальта.

Приготовление стандартного раствора из металлического кобальта: навеску пробы массой 1,0000 г, взятую с точностью до 0,1 мг и чистотой более 99,99 %, помещают в стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup>. Добавляют 50 см<sup>3</sup> азотной кислоты (ИСО 13898-1, 4.3), закрывают часовым стеклом, постепенно нагревают и кипятят до растворения. Охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, после чего доводят до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> стандартного раствора содержит 1,0 мг кобальта.

4.1.2 Стандартный раствор, соответствующий 0,020 г/дм<sup>3</sup> кобальта.

10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора кобальта (4.1.1) переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают.

Стандартный раствор готовят непосредственно перед применением.

1 см<sup>3</sup> стандартного раствора содержит 0,020 мг кобальта.

Если градуировочный график получается нелинейным, может быть использована дополнительная серия градуировочных растворов.

## 5 Аппаратура

Аппаратура должна соответствовать ИСО 13898-1.

## 6 Отбор проб

Отбор проб — по ИСО 14284.

## 7 Подготовка и проведение анализа

7.1 Навеску массой 1,000 г взвешивают с точностью до 1 мг.

7.2 Контрольный опыт, соответствующий образцу с нулевым содержанием кобальта, проводят по ИСО 13898-1, 7.2.

### 7.3 Проведение анализа

7.3.1 Приготовление испытуемого раствора — по ИСО 13898-1, 7.3.1.

#### 7.3.2 Приготовление градуировочных растворов

Вносят в шесть химических стаканов вместимостью 200 см<sup>3</sup> каждый по (1,000 ± 0,001) г чистого железа (ИСО 13898-1, 4.1), добавляют в каждый из них 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (ИСО 13898-1, 4.3), накрывают часовым стеклом и медленно нагревают до прекращения бурного выделения паров. Добавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты (ИСО 13898-1, 4.2) и продолжают нагревание до полного растворения. Охлаждают до комнатной температуры и количественно переносят раствор в шесть мерных колб вместимостью 200 см<sup>3</sup> каждая, предварительно ополаскивая их минимальным количеством воды. Используя пипетку или бюретку, добавляют в мерные колбы стандартный раствор кобальта (4.1.2), объемы которого указаны в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 — Массовая доля кобальта от 0,001 % до 0,10 %

Объем стандартного раствора кобальта, см <sup>3</sup>	Концентрация кобальта в градуировочном растворе, мкг/см <sup>3</sup>	Массовая доля кобальта в анализируемой пробе, %
0 <sup>1)</sup>	0	0
5,0	0,50	0,010
10,0	1,00	0,020
20,0	2,00	0,040
30,0	3,00	0,060
50,0	5,00	0,100

<sup>1)</sup> Раствор с нулевой концентрацией определяемого элемента.

Если градуировочный график окажется нелинейным, может быть использована дополнительная градуировочная серия растворов (например из таблицы 2).

Т а б л и ц а 2 — Массовая доля кобальта менее 0,010 %

Объем стандартного раствора кобальта, см <sup>3</sup>	Концентрация кобальта в градуировочном растворе, мкг/см <sup>3</sup>	Массовая доля кобальта в анализируемой пробе, %
0 <sup>1)</sup>	0	0
0,5	0,050	0,0010
1,0	0,100	0,0020
2,0	0,200	0,0040
3,0	0,300	0,0060
5,0	0,500	0,0100

<sup>1)</sup> Раствор с нулевой концентрацией определяемого элемента.

Если применяется методика внутреннего стандарта, то добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора внутреннего стандарта со скандием (ИСО 13898-1, 4.4) или 10 см<sup>3</sup> раствора внутреннего стандарта с иттрием (ИСО 13898-1, 4.5). Доводят до метки водой и перемешивают.

## 7.4 Спектрометрические измерения

### 7.4.1 Оптимизация прибора

Выполняют операции по ИСО 13898-1, 7.4.1.

### 7.4.2 Измерения интенсивности излучения

Выполняют операции по ИСО 13898-1, 7.4.2.

### 7.4.3 Подготовка градуировочного графика

Выполняют операции по ИСО 13898-1, 7.4.3.

## 8 Обработка результатов

8.1 Выполняют операции по ИСО 13898-1, 8.1.

За результат анализа пробы принимают среднееарифметическое значение результатов двух параллельных определений, если расхождения между ними не превышают значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице 3 или рассчитанных по графику, приведенному в приложении В.

Т а б л и ц а 3

В процентах

Массовая доля кобальта	Предел повторяемости (сходимости) $r$	Предел воспроизводимости $R$	Предел промежуточной прецизионности $R_w$
0,001	0,00018	0,00051	0,00030
0,002	0,00025	0,00070	0,00040
0,005	0,00037	0,00105	0,00057
0,010	0,00050	0,0014	0,00075
0,020	0,00068	0,0019	0,00098
0,050	0,00102	0,0029	0,0014
0,100	0,0014	0,0040	0,0018

### 8.2 Прецизионность

Плановые испытания настоящего метода проводились в 26 лабораториях 12 стран при восьми уровнях содержания кобальта. В каждой лаборатории выполнялись по три определения кобальта при каждом уровне его содержания (см. примечания настоящего подраздела).

Использованные образцы для испытаний приведены в таблице А.1 (приложение А).

Результаты обрабатывались статистически в соответствии с ИСО 5725-1, ИСО 5725-2, ИСО 5725-3 с использованием данных анализа указанных образцов, содержащих восемь уровней кобальта в пределах рабочего диапазона.

Полученные данные показали наличие логарифмической зависимости между массовой долей кобальта и пределом повторяемости (сходимости)  $r$ , а также показателями предела воспроизводимости  $R$  и предела промежуточной прецизионности  $R_w$  результатов анализа (см. примечания настоящего подраздела), что приведено в таблице 3.

Графическое представление данных приведено в приложении В.

#### П р и м е ч а н и я

1 Два из трех определений были проведены при условиях повторяемости, указанных в ИСО 5725-1, т.е. одним оператором, на одной аппаратуре, при идентичных рабочих условиях, при одной калибровке и в течение минимального периода времени.

2 Третье определение было выполнено в другое время (в другой день) тем же оператором, который выполнял определения, указанные в примечании 1, с использованием той же аппаратуры при новой калибровке.

3 По результатам, полученным в первый день, были рассчитаны по ИСО 5725-2 предел повторяемости (сходимости)  $r$  и предел воспроизводимости  $R$ . По первому результату, полученному в первый день, и результату, полученному во второй день, был рассчитан по ИСО 5725-3 внутрилабораторный предел промежуточной прецизионности  $R_w$ .

## 9 Протокол испытания

Протокол испытания — по ИСО 13898-1, раздел 9.

**Приложение А**  
**(справочное)**

**Дополнительная информация по международным испытаниям**

Данные по повторяемости (сходимости) и воспроизводимости, приведенные в таблице 3, были получены, исходя из результатов международных аналитических испытаний, выполненных на семи образцах стали и одном образце чугуна в 12 странах при участии 26 лабораторий. Графическое представление данных по точности испытаний приведено в приложении В.

Анализируемые образцы представлены в таблице А 1.

Т а б л и ц а А.1

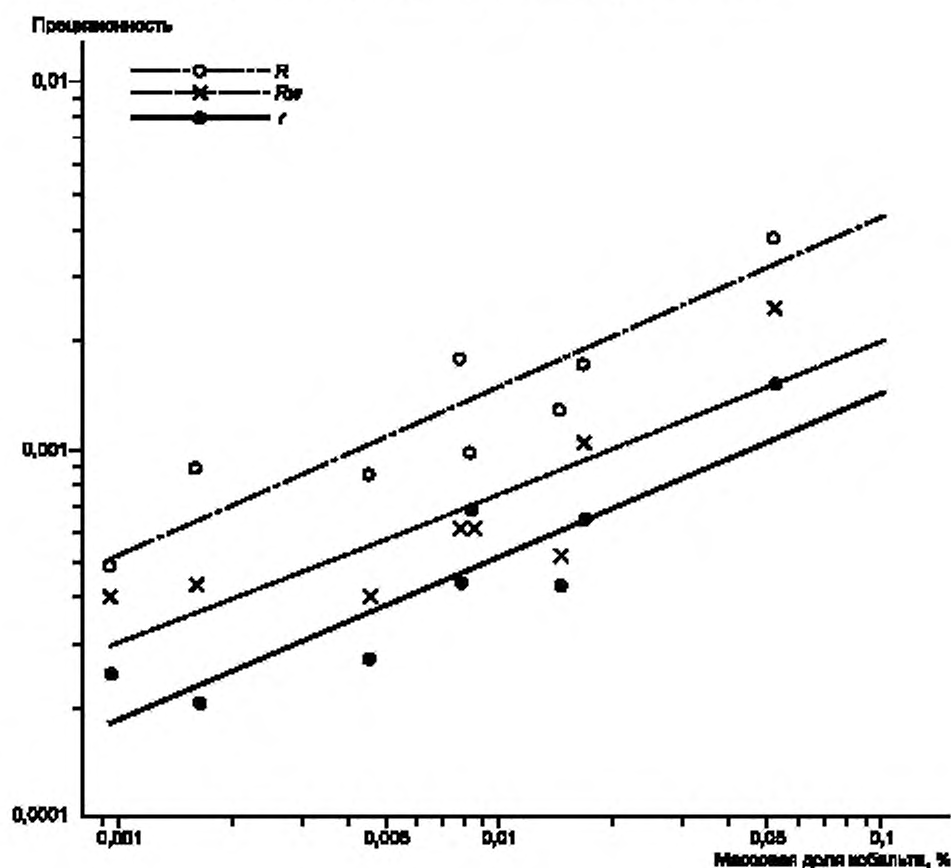
В процентах

Образец	Массовая доля кобальта			Данные по прецизионности		
	Сертифици- ровано	Получено		Предел повторяемости $r$	Предел воспроизво- димости $R$	Предел промежуточной прецизионно- сти $R_w$
		$\bar{W}_{Co,1}^*$	$\bar{W}_{Co,2}^{**}$			
JSS 003-3 Нелегированная сталь	0,0010	0,00097	0,00098	0,00024	0,00048	0,00039
NR 1C Нелегированная сталь	0,0046	0,0047	0,0047	0,00026	0,00084	0,00038
NR 21 Нелегированная сталь	0,008	0,0080	0,0080	0,00043	0,0017	0,00060
NBS 16 f Нелегированная сталь	0,003	0,0036	0,0036	0,00034	0,00087	0,00049
BAS 087-1 Нелегированная сталь	0,015	0,0149	0,0148	0,00042	0,0013	0,00093
BCS 456-1+ Нелегированная сталь	0,052	0,054	0,054	0,0015	0,0036	0,0023
IRSID 081-1 Нелегированная сталь	0,017	0,0175	0,0174	0,00064	0,0017	0,00101
EURO 487-1 Чугун в чушках	0,0088	0,0085	0,0085	0,00066	0,0094	0,00060
* Среднее значение результатов, полученных в течение одного дня. ** Среднее значение результатов с учетом данных различных дней.						



Приложение В  
(справочное)

Графическое представление данных по прецизионности



$$\lg r = 0,4395 \lg \overline{W}_{Co,1} - 2,2411;$$

$$\lg R = 0,4459 \lg \overline{W}_{Co,1} - 1,9538;$$

$$\lg R_w = 0,3928 \lg \overline{W}_{Co,2} - 2,3409,$$

где  $\overline{W}_{Co,1}$  — среднее значение массовой доли кобальта, полученное в течение одного дня, %;

$\overline{W}_{Co,2}$  — среднее значение массовой доли кобальта с учетом данных различных дней, %.

Рисунок В.1 — Логарифмическая зависимость между массовой долей кобальта  $\overline{W}_{Co}$  и пределом повторяемости  $r$  или пределом воспроизводимости  $R$  и пределом промежуточной прецизионности  $R_w$

**Приложение С**  
**(справочное)**

**Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации  
ссылочным международным стандартам**

Таблица С.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 5725-1:1994	ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения
ИСО 5725-2:1994	ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений
ИСО 5725-3:1994	ГОСТ Р ИСО 5725-3—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений
ИСО 13898-1:1997	ГОСТ Р ИСО 13898-1—2006 Сталь и чугун. Спектрометрический атомноэмиссионный с индуктивно связанной плазмой метод определения никеля, меди и кобальта. Общие требования
ИСО 14284:1996	*
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.	

УДК 669.14:620.196.2:006.354

ОКС 77.120

В39

ОКСТУ 0709

Ключевые слова: сталь, чугун нелегированные, метод определения кобальта, индуктивно связанная плазма, спектрометрический атомно-эмиссионный метод

Редактор Л.И. Нахимова  
Технический редактор В.Н. Прусакова  
Корректор М.С. Кабацова  
Компьютерная верстка Л.А. Круговой

Сдано в набор 31.08.2007. Подписано в печать 13.09.2007. Формат 60 × 84  $\frac{1}{8}$ . Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.  
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,80. Тираж 201 экз. Зак. 702.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.